

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



Image

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of : **Confirmation No. 8224**
Toru SUZUKI et al. : Docket No. 2001-0554A
Serial No. 09/854,528 : Group Art Unit 1731
Filed May 15, 2001 : Examiner Christopher Fiorilla

ORIENTED SINTERED CERAMIC
PRODUCT AND MANUFACTURING
METHOD THEREOF :

CLAIM OF PRIORITY UNDER 35 USC 119

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

THE COMMISSIONER IS AUTHORIZED
TO CHARGE ANY DEFICIENCY IN THE
FEE FOR THIS PAPER TO DEPOSIT
ACCOUNT NO. 23-0975.

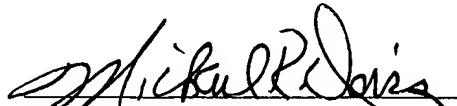
Sir:

Applicants in the above-entitled application hereby claim the date of priority under the International Convention of Japanese Patent Application No. 2000-317323, filed October 18, 2000, as acknowledged in the Declaration of this application.

A certified copy of said Japanese Patent Application is submitted herewith.

Respectfully submitted,

Toru SUZUKI et al.

By: 
Michael R. Davis
Registration No. 25,134
Attorney for Applicants

MRD/pth
Washington, D.C. 20006-1021
Telephone (202) 721-8200
Facsimile (202) 721-8250
February 6, 2004

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2000年10月18日

出願番号

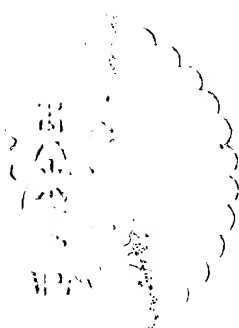
Application Number:

特願2000-317323

出願人

Applicant(s):

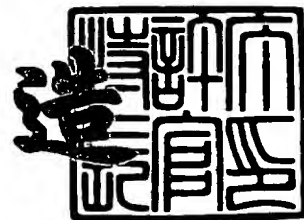
独立行政法人物質・材料研究機構



2001年 8月 3日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3067868

【書類名】 特許願

【特記事項】 特許法第30条第1項の規定の適用を受けようとする特
許出願

【整理番号】 12-KN-26

【提出日】 平成12年10月18日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C04B 35/622

【発明の名称】 配向性セラミックス焼結体およびその製造方法

【請求項の数】 9

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市千現1丁目2番1号
科学技術庁金属材料技
術研究所内

【氏名】 鈴木 達

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市千現1丁目2番1号
科学技術庁金属材料技
術研究所内

【氏名】 目 義雄

【特許出願人】

【識別番号】 390002901

【氏名又は名称】 科学技術庁金属材料技術研究所長 岡田 雅年

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 配向性セラミックス焼結体およびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 等軸晶ではない結晶構造をもつ非強磁性体粉末を溶媒に分散し、そのスラリーを磁場中で固化成形した後に焼結することを特徴とする配向性セラミックス焼結体の製造方法。

【請求項 2】 非強磁性体粉末が等軸晶ではないセラミックス粉末であることを特徴とする請求項 1 の配向性セラミックス焼結体の製造方法。

【請求項 3】 セラミックス粉末が、アルミナ粉末、二酸化チタン粉末、窒化アルミニウム粉末、正方晶ジルコニア粉末、または、酸化亜鉛粉末、もしくはこれらを含む混合複合体であることを特徴とする請求項 2 の配向性セラミックス焼結体の製造方法。

【請求項 4】 請求項 1 ないし 3 のいずれかの製造方法により得られた配向性セラミックス焼結体。

【請求項 5】 アルミナセラミックス焼結体であって、アルミナ結晶の C 面が配向した面において X 線回折による (0 0 6) 回折強度が、(1 1 0) 回折強度の 1. 2 倍以上となり、C 面が配向した面と平行面において、結晶平均粒径が $20\ \mu\text{m}$ 以下、または、粒径が $20\ \mu\text{m}$ 以上で C 面が配向した面と垂直な面における結晶粒径のエクベクト比が 0. 4 より大きく、かつ 1 以下であることを特徴とする配向性アルミナセラミックス焼結体。

【請求項 6】 二酸化チタンセラミックス焼結体であって、結晶配向した二酸化チタン焼結体であることを特徴とする配向性二酸化チタンセラミックス焼結体。

【請求項 7】 請求項 6 の焼結体であって、X 線回折による (0 0 2) 回折強度が、(1 1 0) 回折強度より大きい結晶配向したルチル構造の二酸化チタン焼結体であることを特徴とする配向性二酸化チタンセラミックス焼結体。

【請求項 8】 正方晶ジルコニアセラミックス焼結体であって、結晶配向した正方晶ジルコニア焼結体であることを特徴とする配向性正方晶ジルコニアセラミックス焼結体。

【請求項 9】 請求項 8 の焼結体であって、X 線回折による (0 0 2) 回折強度が、(2 0 0) 回折強度より大きい結晶配向した正方晶ジルコニアセラミックス焼結体。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

この出願の発明は、配向性セラミックス焼結体の製造方法とこの方法により得られる配向性セラミックス焼結体に関するものである。

【0 0 0 2】

【従来技術とその課題】

従来より、セラミックス焼結体は、研磨、切削材および高温材料等として幅広く一般的に使用されており、たとえばアルミナ系の焼結体は、その優れた耐食性、機械的強度や硬度、耐摩耗性などの特徴を持ち、機械部品、電気電子材料、および光学材料などに実用化されている。

【0 0 0 3】

このようなセラミックス焼結体については、近年では、その微細構造を制御することで、靱性、強度、透光性などの特性を向上させることが可能とされてきている。たとえば、このような微細構造制御のひとつの具体例として、微細化された配向性焼結体がある。この微細化された配向性焼結体の製造方法としては、微細化工程と配向化工程とからなるものが知られており、微細化工程では、焼結体の作製プロセスの一つであるコロイドプロセスを用い、粉末を液体中に分散し、スリップキャストなどにより固化形成することで、粉末を微細に分散し高密度に成形できるようにしている。また、配向化工程では、たとえば、粉末がアルミナの場合、板状アルミナと粒状アルミナ粉末を混合し、その混合物の中から板状アルミナを種として粒成長させる方法が知られている。

【0 0 0 4】

特開平 0 7 - 3 1 5 9 1 5 および特開平 6 - 8 8 2 1 8 には、このような方法を用いた、配向性アルミナ質焼結体および配向性酸化亜鉛焼結体の製造方法が開示されている。配向性アルミナ質焼結体では、C 面が配向した面での平均結晶粒

径が20～200 μm の比較的大きな結晶粒で、かつ粒径のアスペクト比が0.4倍以下と楕円度が比較的大きな粉末が得られている。

【0005】

しかしながら、このような従来の配向性焼結体の製造方法では、平均結晶粒径が20～200 μm で、かつ、アスペクト比が0.4以下が限度であり、平均結晶粒径が20 μm 以下のより微細な結晶粒径であったり、または、アスペクト比が0.4以上、すなわち、より球形に近い粒子形状をもった粉末の配向化は困難であった。

【0006】

その理由としては、従来の配向性焼結体の製造方法では、板状の種結晶を粒成長させる方法であるので、結局のところ微小なもの、または、より球状なものは原理的に困難であることによる。

【0007】

ところが、最近では、各種材料の微細化、強度化、高機能化の産業的ニーズが高く、たとえば平均結晶粒径が20 μm 以下で、アスペクト比が0.4以下の配向性アルミナや、平均結晶粒径が20 μm 以上でアスペクト比粒径の0.5倍以上の配向性アルミナなど、より微細でかつより球形に近い粒子形状を持った各種の配向性セラミックス焼結体の提供が待ち望まれてはいるものの、これまでのところ、これを実現するための方法は知られていないのが実情である。

【0008】

この出願の発明は、以上の通りの事情に鑑みてなされたものであり、板状の種結晶粒成長させることなく、平均結晶粒径が20 μm 以下で、アスペクト比が0.4以下の配向性焼結体、または、平均結晶粒径が20 μm 以上で、アスペクト比が0.5以上の配向性アルミナセラミックス焼結体の製造をも可能とする、微細構造と配向性がより高度に制御された新しい配向性セラミックス焼結体とその製造方法を提供することを課題としている。

【0009】

【課題を解決するための手段】

この出願の発明は、上記の課題を解決するものとして、第1には、等軸晶では

ない結晶構造をもつ非強磁性体粉末を溶媒に分散し、そのスラリーを磁場中で固化成形した後に焼結することを特徴とする配向性セラミックス焼結体の製造方法を提供する。

【0010】

また、この出願の発明は、第2には、非強磁性体粉末が等軸晶ではないセラミックス粉末であることを特徴とする配向性セラミックス焼結体の製造方法を、第3には、セラミックス粉末が、アルミナ粉末、二酸化チタン粉末、窒化アルミニウム粉末、正方晶ジルコニア粉末、または、酸化亜鉛粉末、もしくはこれらを含む混合複合体であることを特徴とする前記の配向性セラミックス焼結体の製造方法を提供し、第4には、これらの製造方法により得られた配向性セラミックス焼結体を提供する。

【0011】

そして、この出願の発明は、第5には、アルミナ焼結体であって、アルミナ結晶のC面が配向した面においてX線回折による(006)回折強度が、(110)解析強度の1.2倍以上となり、C面が配向した面と平行面において、結晶平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以下、または、粒径が $20\mu\text{m}$ 以上でC面が配向した面と垂直な面における結晶粒径のアスペクト比が0.4より大きく、かつ1以下であることを特徴とする配向性焼結体を提供し、第6には、結晶配向した二酸化チタンセラミック焼結体を提供し、第7には、二酸化チタン焼結体であって、X線回折による(002)回折強度が、(110)回折強度より大きい結晶配向したルチル構造の二酸化チタン焼結体であることを特徴とする配向性二酸化チタンセラミックス焼結体をも提供する。

【0012】

さらに、この出願の発明は、第8には、正方晶ジルコニアセラミックス焼結体であって、結晶配向した正方晶ジルコニア焼結体であることを特徴とする配向性正方晶ジルコニアセラミックス焼結体を提供し、第9には、X線回折による(002)回折強度が、(200)回折強度より大きい結晶配向した正方晶ジルコニアセラミックス焼結体を提供する。

【0013】

すなわちこの出願の発明は、アルミナなどの非強磁性体の磁気異方性は無視するという従来までの常識や慣例を打ち破り、非強磁性体であってもその磁気異方性を考慮に入れ、アルミナ粉末などの等軸晶ではない結晶構造をもつ非強磁性体粉末を、スラリーに分散し、そのスラリーを磁場中で成形することで、これまでに知られていない新しい構造の配向性セラミックス焼結体を提供可能としたことに大きな特徴がある。

【 0 0 1 4 】

このことは、発明者の鋭意なる研究成果、すなわち、立方晶以外の結晶構造をもつ物質では、C軸方向とC軸垂直方向（C面）とで結晶磁気異方性を示すものが多く、六方晶系の結晶構造であるアルミナも磁気異方性は無視できないという新しい知見に基くものである。

【 0 0 1 5 】

その背景には、近年の超伝導マグネットの発達により、液体ヘリウムを使用せずに強磁場を比較的簡単に得られるようになってきており、非強磁性物質であっても外界から及ぼされる無視できないエネルギーとして、磁場を作用させることができるようになってきたことがある。

【 0 0 1 6 】

【発明の実施の形態】

この出願の発明は上記のとおりの特徴をもつものであるが、以下にその実施の形態について説明する。

【 0 0 1 7 】

この出願の発明の前記の製造方法は、結晶磁気異方性と強磁場を利用したものであり、この方法によれば、結晶磁気異方性をもつあらゆる粉末の配向性制御を行なうことが可能となる。

【 0 0 1 8 】

たとえばアルミナを配向させることにより、強度と靱性を同時に改善でき、透光性アルミナでの直線透過率の増加も見込まれ、高純度でさらに非常に配向度の高いアルミナを得ることが可能となる。このアルミナは、単結晶作製原料としても期待される。さらに、この発明の方法においては、板状アルミナを粒成長の種

として用いる必要がないので、アルミナ粉末1種類のみから配向性アルミナの作製が可能であり、製造コストの削減も可能である。

【0019】

この出願の発明が対象にする粉末は、等軸晶でない結晶構造をもつ非強磁性体粉末であって、その種類は各種であってよい。なかでも、セラミックスがその代表例として挙げられ、アルミナ、チタニア、酸化亜鉛、窒化アルミニウム、正方晶ジルコニア等である。これらの粉末は、まず溶媒に分散されてスラリーが調製される。この場合、必要に応じて分散助剤、たとえば電解質物質が用いられる。

【0020】

溶媒としては水、あるいは非水系のエタノール等のアルコール、エーテルなどの有機溶媒、あるいはこれらの適宜な混合溶媒が用いられる。

【0021】

スラリーにおける粉末の濃度や電解質物質の濃度については、粉末や溶媒の種類、粉末の粒径等を考慮して定めることができる。

【0022】

粉末を分散したスラリーは、次いで磁場中の成形に供されることになる。成形は、たとえばスリップキャストなどのコロイドプロセスの方法が好適に採用される。コロイドプロセスには、スリップキャストの他、ゲルキャスト、プレッシャーフィльтраクション、テープキャスト、電気泳動堆積などがある。

【0023】

印加される磁場としては一般的には1 T以上で、7 T以上とすることが好ましい。1 T未満の場合には、さらには7 T未満の場合には、セラミックス粒子に及ぼす磁場の影響が弱く配向が起こりにくい。

【0024】

なお、磁場を用いる場合には、任意の方向からの磁場の印加によって、任意の配向方向を選択することが可能となる。

【0025】

得られた成形体は次いで焼結されるが、この場合の焼結方法、そして条件としては、たとえば、アルミナの場合には、1300℃～1800℃、1～3時間、

大気中での焼結、窒化アルミニウムの場合には、1800℃～2000℃、1～3時間、窒素雰囲気中での焼結などが例示される。もちろん、平均粒径やアスペクト比を所望する値にするためには様々な焼結方法、焼結条件の選択が可能である。

【0026】

この発明においては、たとえば、粉末アルミナの場合、C面が配向した面におけるX線回折による(006)回折強度が、(110)回折強度の1.2倍以上で、平均粒径が20μm以下の微細組織であれば、靱性を向上させることができる。

【0027】

さらに、高温でのアルミナのランダムな方向への異常粒成長が抑制され、高温で安定した特性を得ることができる。

【0028】

また、C面が配向した面におけるX線回折による(006)回折強度が、(110)回折強度の1.2倍以上で、平均粒径が20μm以上であるアルミナは、アスペクト比を0.5以上にすれば、強度と靱性の方向依存性を少なくすることができる。

この発明においては、逆を言えば、板状ではなく粒状アルミナ粉末原料のみを使用しなければ、平均粒径が20μm以下の微細組織またはアスペクト比を0.5以上となる配向性アルミナを作成することができないし、成形時においてスラリーに磁場を作用させ、さらにその成形体を加熱しなければ、粉末を配向させることができない。

【0029】

なお、この発明においてアルミナの組織配向を定義するアスペクト比については、アルミナ結晶のC面が配向している面と垂直な面において、アルミナ結晶のC面に垂直な方向での粒子幅を d_v 、平行方向の粒径を d_h としたときのアスペクト比(A)を、

$$A = d_v / d_h$$

としている。

【0030】

そして、前記のとおり、この出願の発明によれば、これまでに知られていない配向性二酸化チタンセラミックス焼結体、そして、配向性正方晶ジルコニアセラミックス焼結体も提供されるのである。

【0031】

以下実施例を示し、さらにこの発明について詳しく説明する。

【0032】

【実施例】

この発明の実施例として配向性焼結体を製造した。また比較のために、従来の方法による焼結体も製造した。

実施例 1

平均粒径 $0.1 \mu\text{m}$ のアルミナ粉末を用い固相濃度 $40 \text{ vol} \%$ となるように秤量し、高分子電解質（ポリカルボン酸アンモニウム塩）を適量添加した水溶液中に分解させてスラリーを作製した。このとき、弱く凝集した粉末を再分散させるため、スターラで分散しながら超音波攪拌した。このスラリーを多孔質の型に流し込み、溶液を吸収させ高密度に成形する過程（スリップキャスト）を磁場中で行った。このときの磁場の強さを 10 T にし、図 1 のとおり、磁場印加方向をスリップキャスト方向と平行にした。この成形体を 1600°C で 2 時間大気中で加熱して、配向性焼結体を得た。その焼結体における X 線回折測定結果を図 2 に示した。また、図 3 は焼結体の磁場印加方向に平行な面の組織写真である。平均結晶粒径が $20 \mu\text{m}$ 以下であっても、配向性焼結体を得られることが確認された。

【0033】

得られた配向性アルミナセラミックス焼結体は、C 面が配向した面において、X 線回折による (006) 回折強度が、 (110) 回折強度の 23.9 倍であって、結晶平均粒径が約 $10 \mu\text{m}$ で、アスペクト比が約 0.28 のものであることが確認された。

実施例 2

実施例 1 と同様に、平均粒径 $0.1 \mu\text{m}$ のアルミナ粉末を用い固相濃度 $40 \text{ vol} \%$ となるように秤量し、高分子電解質（ポリカルボン酸アンモニウム塩）を適量添加した水溶液中に分解させてスラリーを作製した。スリップキャスト時に印加する磁場の強さを 10 T にし、磁場印加方向を、図 4 のようにスリップキャスト方向と垂直にした。この成形体を 1600°C で 2 時間大気中で加熱することにより焼結体を得た。その焼結体における X 線回折測定結果を図 5 に示した。この発明により、平均結晶粒径が $20 \mu\text{m}$ 以下であっても、配向性焼結体を得ることが確認された。実施例 1 においても測定した X 線回折の強度比は 7.5 であった。

実施例 3

実施例 1 と同様に、アルミナ粉末を用い高分子電解質（ポリカルボン酸アンモニウム塩）を適量添加した水溶液中に分散させてスラリーを作製した。ただし、アルミナ粉末は平均結晶粒径が $0.4 \mu\text{m}$ であり、固相濃度は $40 \text{ vol} \%$ となるように秤量した。スラリー中でのアルミナ粉末の分散方法、スリップキャスト時における磁場印加条件、成形体の加熱条件を実施例 1 と同様の方法により焼結体を得た。その焼結体における X 線回折測定結果を図 6 に示した。この発明により、平均結晶粒径が $20 \mu\text{m}$ 以下であっても、配向性焼結体を得ることが確認された。実施例 3 においても測定した X 線回折の強度比は 1.2 であった。

実施例 4

実施例 1 と同様に、アルミナ粉末を用い高分子電解質（ポリカルボン酸アンモニウム塩）を適量添加した水溶液中に分散させてスラリーを作製した。ただし、平均粒径 $0.1 \mu\text{m}$ のアルミナ粉末を用い固相濃度 $40 \text{ vol} \%$ となるように秤量した。このとき、弱く凝集した粉末を再分散させるため、スターラーで分散しながら、超音波攪拌した。このスラリーを多孔質の型に流し込み、溶液を吸収させて高密度に成形する過程（スリップキャスト）を磁場中で行った。このときの磁場の強さを 10 T にし、磁場印加方向をスリップキャスト方向と平行にした。この成形体を 1400°C で 2 時間大気中で加熱することにより焼結体を得た。その焼結体における X 線回折測定結果を図 7 に示した。また、焼結体の磁場印加方向に平行な面の組織写真を図 8 に示した。この発明により、平均結晶粒径が 20

μm 以下であっても、配向性焼結体を得られることが確認された。

【0034】

実施例4においても測定したX線回折の強度比は4.7で、結晶粒径が約 $5\mu\text{m}$ で、アスペクト比は約0.6であった。

実施例5

実施例1と同様に、平均粒径 $0.1\mu\text{m}$ のアルミナ粉末を用い固相濃度40vol%となるように秤量し、高分子電解質（ポリカルボン酸アンモニウム塩）を適量添加した水溶液中に分散させてスラリーを作製した。スリップキャスト時に印加する磁場の強さを10Tにし、磁場印加方向をスリップキャスト方向と平行にした。この成形体を 1600°C 、12時間、大気中で加熱することにより焼結体を得た。その焼結体の磁場印加方向に垂直な面の組織写真を図9に示した。この発明により、平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以上でアスペクト比が0.4以上であっても、配向性焼結体を得られることが確認された。

実施例6

平均粒径 30nm の二酸化チタン粉末（アナターゼ80%）を用い固相濃度20vol%となるように秤量し、高分子電解質（ポリカルボン酸アンモニウム塩）を適量添加した水溶液中に分散させてスラリーを作製した。このとき、弱く凝集した粉末を再分散させるため、スターラーで分散しながら超音波攪拌した。このスラリーを多孔質の型に流し込み、溶液を吸収させて高密度に成形する過程（スリップキャスト）を磁場中で行った。このときの磁場の強さを10Tにし、磁場印加方向をスリップキャスト方向と平行にした。この成形体を 1300°C で2時間大気中で加熱することにより焼結体を得た。図10は、その配向性二酸化チタンのX線回折測定結果示したものである。

【0035】

図10からは、X線回折による(002)回折強度が、(110)回折強度より大きい結晶配向したルチル構造の二酸化チタン焼結体であることがわかる。

実施例7

平均粒径 40nm の酸化亜鉛粉末を用い固相濃度20vol%となるように秤量し、高分子電解質（ポリカルボン酸アンモニウム塩）を適量添加した水溶液中

に分散させてスラリーを作製した。このとき、弱く凝集した粉末を再分散させるため、スターラーで分散しながら超音波攪拌した。このスラリーを多孔質の型に流し込み、溶液を吸収させて高密度に成形する過程（スリップキャスト）を磁場中で行った。このときの磁場の強さを 1 0 T にし、磁場印加方向をスリップキャスト方向と平行にした。この成形体を 1 4 0 0 °C で 5 時間大気中で加熱することにより焼結体を得た。図 1 1 は、その配向性酸化亜鉛の X 線回折測定結果である。

実施例 8

平均粒径 0. 6 9 μ m の窒化アルミニウム粉末を用い固相濃度 5 0 v o l % となるように秤量し、エステル系分散材を適量添加したエタノール溶液中に分散させてスラリーを作製した。このとき、弱く凝集した粒子を再分散させるため、スターラーで分散しながら超音波攪拌した。このスラリーを多孔質の型に流し込み、溶液を吸収させて高密度に成形する過程（スリップキャスト）を磁場中で行った。このときの磁場の強さを 1 0 T にし、磁場印加方向をスリップキャスト方向と平行にした。この成形体を 1 9 0 0 °C、2 時間、窒素雰囲気中で加熱することにより焼結体を得た。図 1 2 は、その配向性窒化アルミニウムの X 線回折測定結果である。

実施例 9

平均粒径 9 4 n m の 1 2 m o l % C e O₂ 安定化正方晶ジルコニア粉末を用い固相濃度 3 0 v o l % となるように秤量し、高分子電解質（ポリカルボン酸アンモニウム塩）を適量添加した水溶液中に分散させてスラリーを作製した。このとき、弱く凝集した粒子を再分散させるため、スターラーで分散しながら超音波攪拌した。このスラリーを多孔質の型に流し込み、溶液を吸収させて高密度に成形する過程（スリップキャスト）を磁場中で行った。このときの磁場の強さを 1 0 T にし、磁場印加方向をスリップキャスト方向と平行にした。この成形体を 1 6 0 0 °C、2 時間、大気中で加熱することにより焼結体を得た。図 1 3 は、その配向性正方晶ジルコニアの X 線回折測定結果である。

実施例 1 0

平均粒径 0. 1 μ m のアルミナ粉末に、平均粒径 6 0 n m の 3 m o l % Y₂O₃

安定化正方晶ジルコニア粉末を 1 0 v o 1 % 混合し、固相濃度 3 0 v o 1 % となるように秤量し、高分子電解質（ポリカルボン酸アンモニウム塩）を適量添加した水溶液中に分散させてスラリーを作製した。このとき、弱く凝集した粒子を再分散させるため、スターラーで分散しながら超音波攪拌した。このスラリーを多孔質の型に流し込み、溶液を吸収させて高密度に成形する過程（スリップキャスト）を磁場中で行った。このときの磁場の強さを 1 0 T にし、磁場印加方向をスリップキャスト方向と平行にした。この成形体を 1 6 0 0 °C、2 時間、大気中で加熱することにより焼結体を得た。図 1 4 は、その配向性 1 0 v o 1 % 正方晶ジルコニア（3 m o 1 % Y_2O_3 安定化）分散アルミナの X 線回折測定結果である。

実施例 1 1

平均粒径 0. 1 μm のアルミナ粉末に、径 0. 5 μm 長さ 3 0 μm の炭化珪素ウイスキーを 2 0 v o 1 % 混合し、固相濃度 3 0 v o 1 % となるように秤量し、高分子電解質（ポリカルボン酸アンモニウム塩）を適量添加した水溶液中に分散させてスラリーを作製した。このとき、弱く凝集した粒子を再分散させるため、スターラーで分散しながら超音波攪拌した。このスラリーを多孔質の型に流し込み、溶液を吸収させて高密度に成形する過程（スリップキャスト）を磁場中で行った。このときの磁場の強さを 1 0 T にし、磁場印加方向をスリップキャスト方向と平行にした。この成形体を 1 8 0 0 °C、2 時間、アルゴン雰囲気中で加熱することにより焼結体を得た。図 1 5 は、その配向性 2 0 v o 1 % 炭化珪素分散アルミナの X 線回折測定結果である。

比較例

実施例 1 と同様に、平均粒径 0. 1 μm のアルミナ粉末を用い固相濃度 4 0 v o 1 % となるように秤量し、高分子電解質（ポリカルボン酸アンモニウム塩）を適量添加した水溶液中に分散させてスラリーを作製した。次いで、従来法として、磁場印加せずにスリップキャストを行い、次いでこの成形体を 1 6 0 0 °C で 2 時間大気中で加熱することでアルミナ焼結体を得た。その焼結体における X 線回折測定結果を、図 1 6 に示した。

【 0 0 3 6 】

また、図 1 7 は、その焼結体の組織写真である。従来方法では、平均結晶粒径

が $20\text{ }\mu\text{m}$ 以下であると、配向性焼結体が得られないことが確認された。

【0037】

【発明の効果】

以上詳しく説明したように、この出願の発明により、板状の種結晶粒成長させることなく、平均結晶粒径が $20\text{ }\mu\text{m}$ 以下で、粒子幅が粒径の 0.4 倍以下の配向性アルミナセラミックス焼結体や、平均結晶粒径が $20\text{ }\mu\text{m}$ 以上で粒子幅が粒径の 0.5 倍以上の配向性アルミナセラミックス焼結体の製造が可能とされ、焼結体の靱性と強度の向上、透光性を配向させることによる直線透過率の向上が可能となる。また、配向性の二酸化チタン焼結体や配向性正方晶ジルコニア焼結体も提供される。

【0038】

たとえば以上のように、高度に配向性が制御されたセラミックス焼結体がこの出願の発明によって提供される。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

実施例 1 での磁場の印加方向を示した図である。

【図 2】

実施例 1 で得られた焼結体における X 線回折測定結果を示した図である。

【図 3】

実施例 1 で得られた焼結体の磁場印加方向に平行な面の組織写真である。

【図 4】

実施例 2 における磁場印加の方向を示した図である。

【図 5】

実施例 2 で得られた焼結体における X 線回折測定結果を示した図である。

【図 6】

実施例 3 で得られた焼結体における X 線回折測定結果を示した図である。

【図 7】

実施例 4 で得られた焼結体における X 線回折測定結果を示した図である。

【図 8】

実施例 4 で得られた焼結体の磁場印加方向に平行な面の組織写真である。

【図 9】

実施例 5 で得られた焼結体の磁場印加方向に平行な面の組織写真を示した図である。

【図 1 0】

実施例 6 で得られた焼結体における X 線回折測定結果を示した図である。

【図 1 1】

実施例 7 で得られた焼結体の X 線回折測定結果を示した図である。

【図 1 2】

実施例 8 で得られた焼結体の X 線回折測定結果を示した図である。

【図 1 3】

実施例 9 で得られた焼結体の X 線回折測定結果を示した図である。

【図 1 4】

実施例 1 0 で得られた焼結体の X 線回折測定結果を示した図である。

【図 1 5】

実施例 1 1 で得られた焼結体の X 線回折測定結果を示した図である。

【図 1 6】

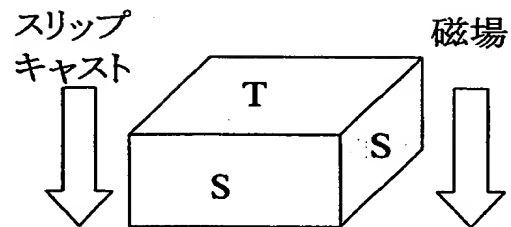
従来方法での得られた焼結体における X 線回折測定結果を示した図である。

【図 1 7】

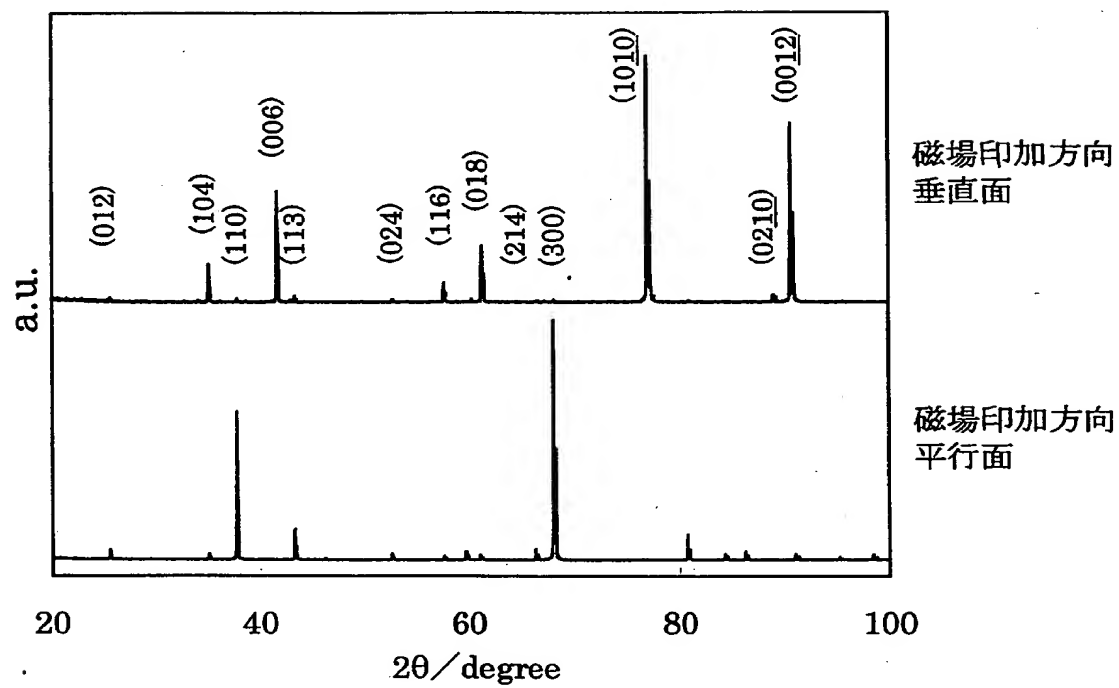
従来方法で得られた焼結体の組織写真である。

【書類名】 図面

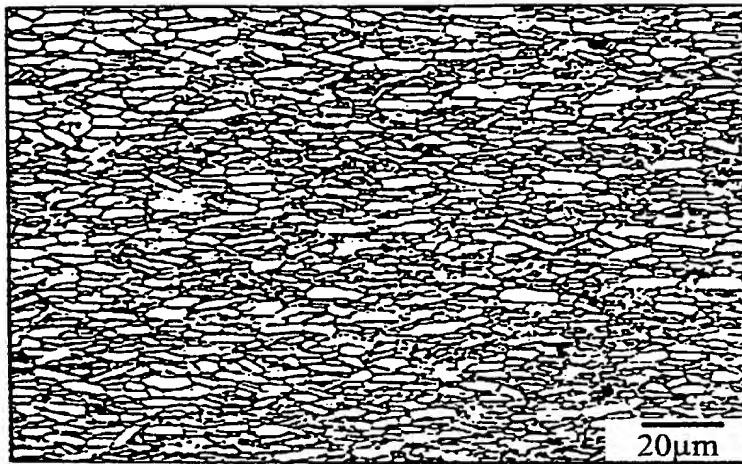
【図 1】



【図 2】

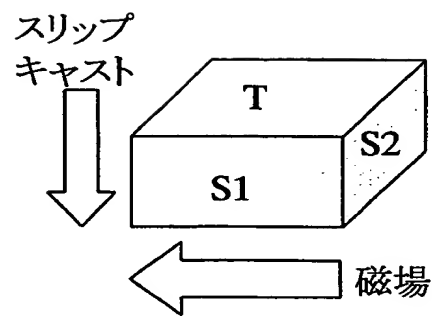


【図 3】

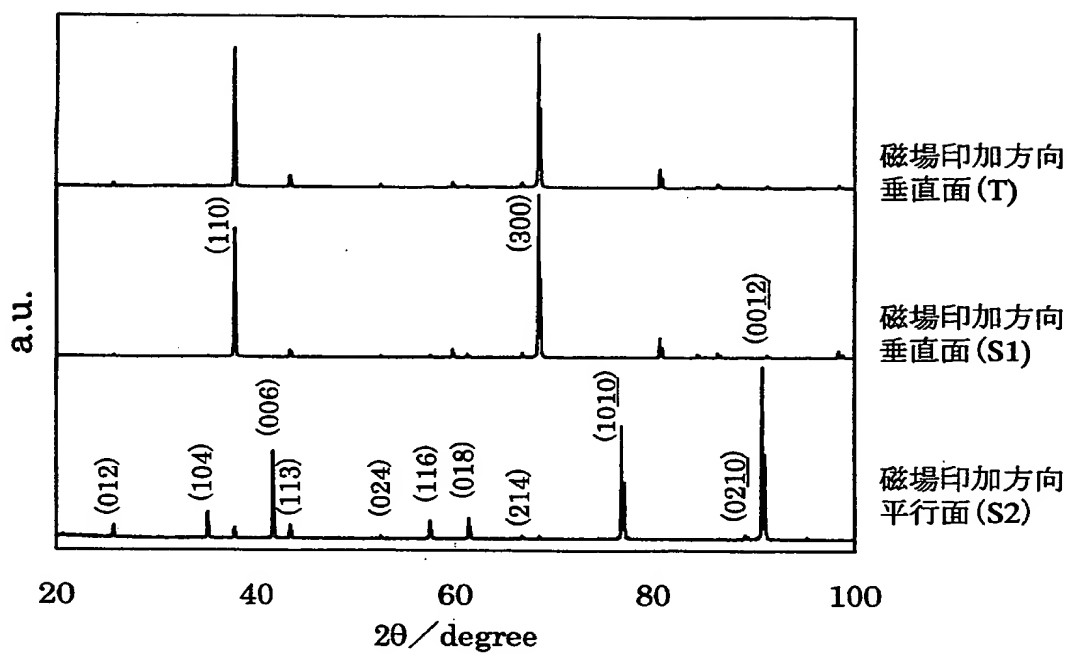


磁場印加方向平行面

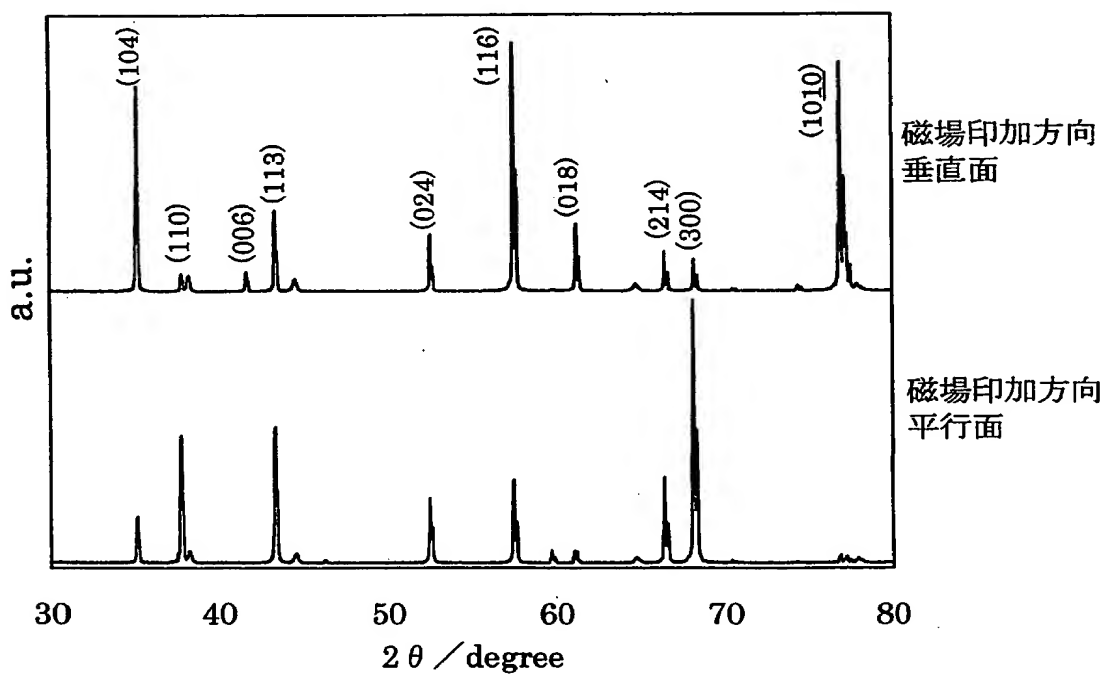
【図 4】



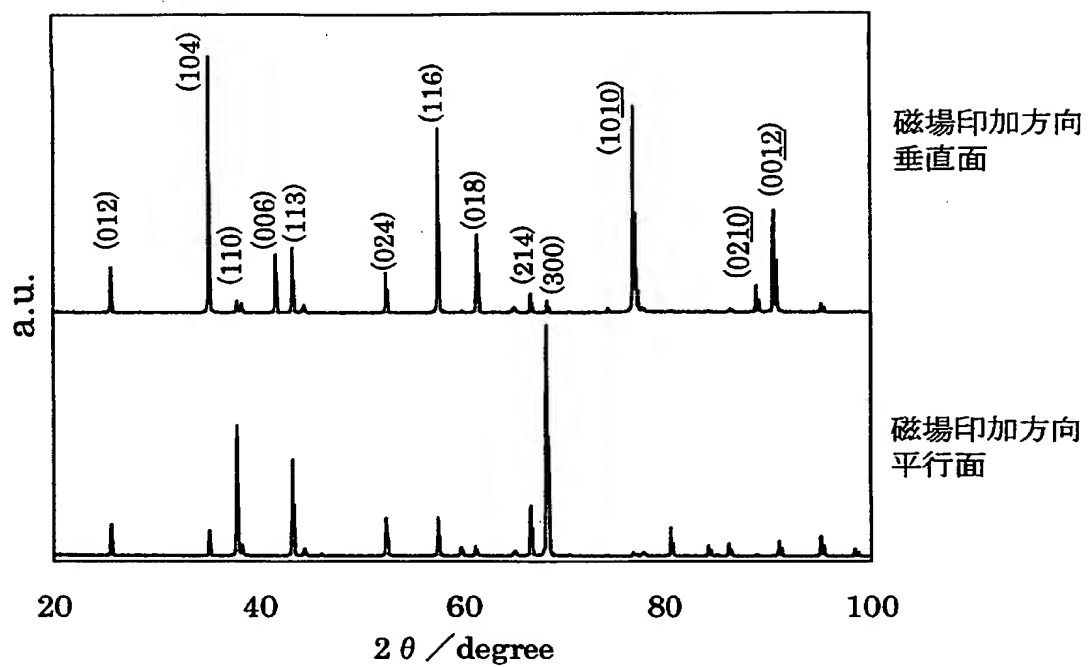
【図 5】



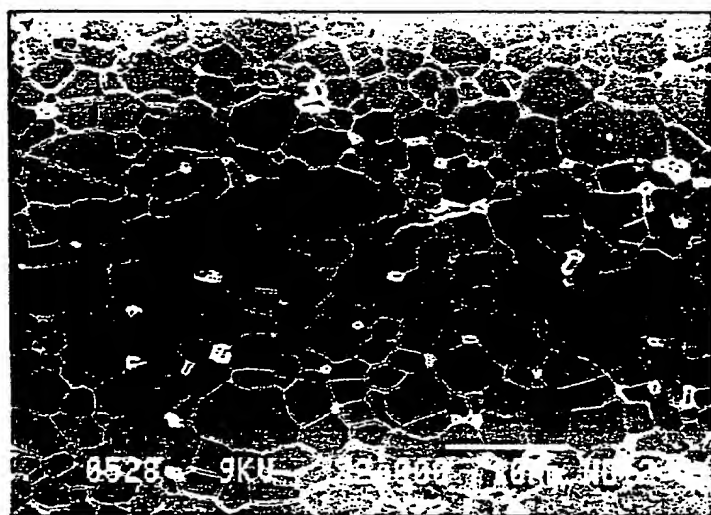
【図 6】



【図 7】

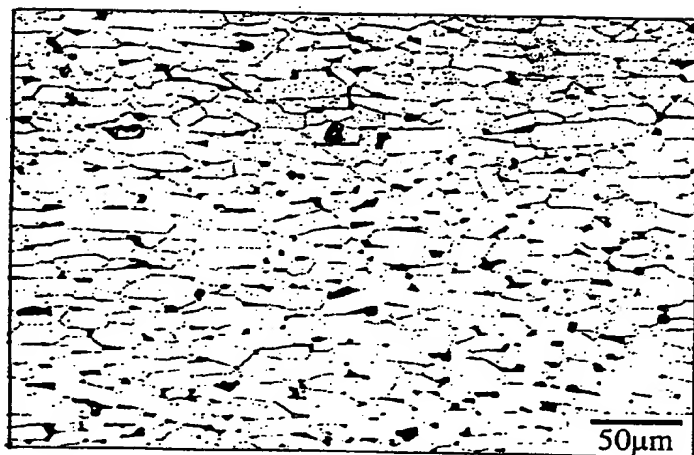


【図 8】



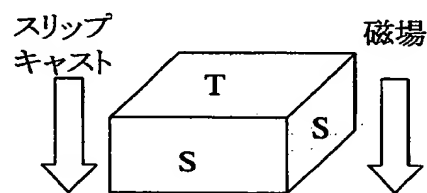
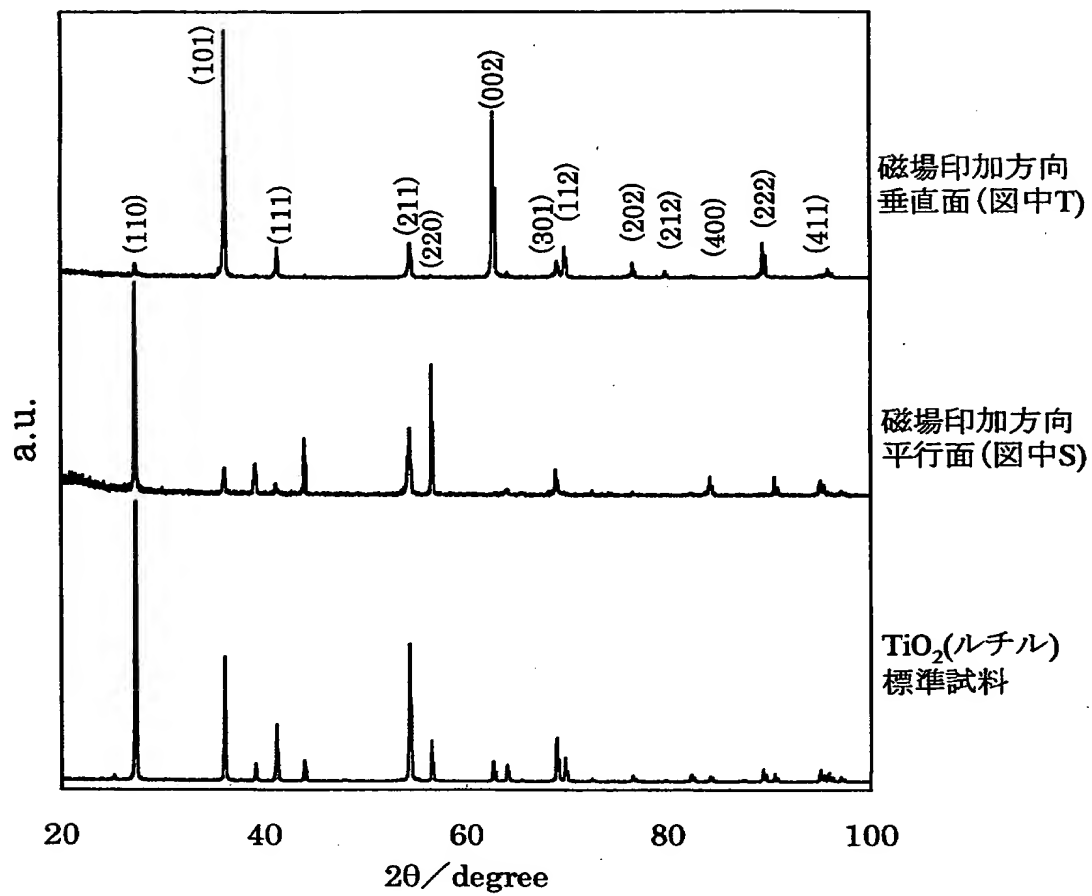
磁場印加方向
平行面

【図9】

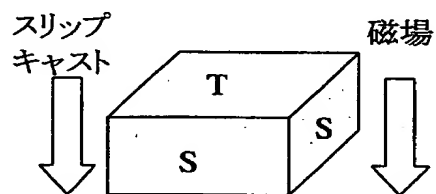
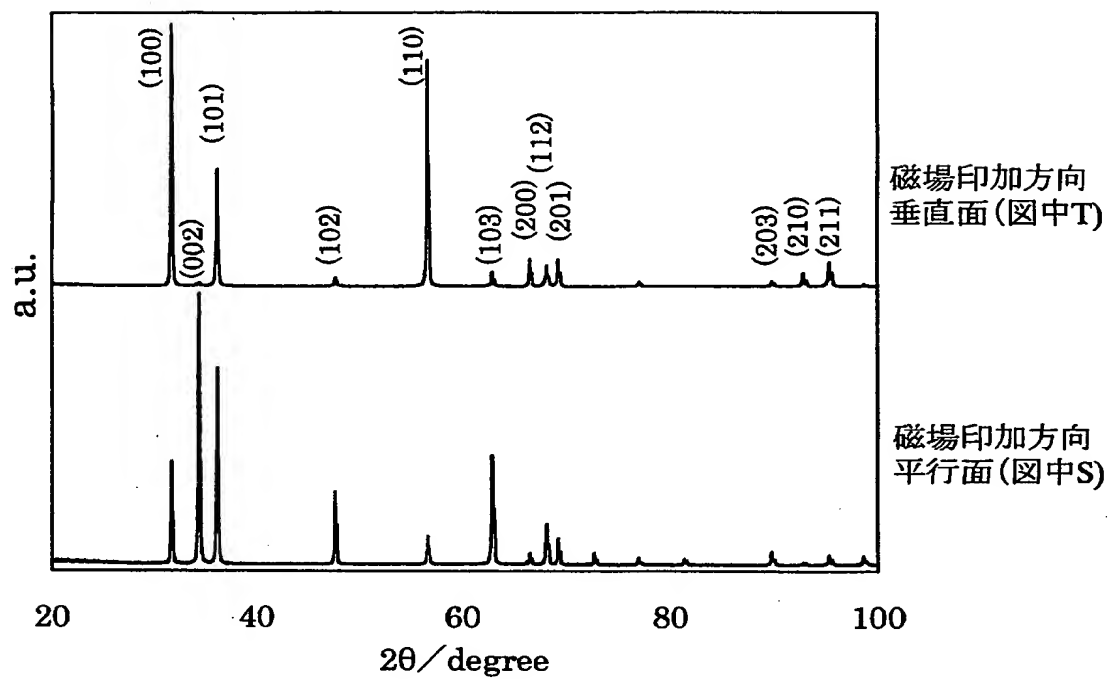


磁場印加方向平行面

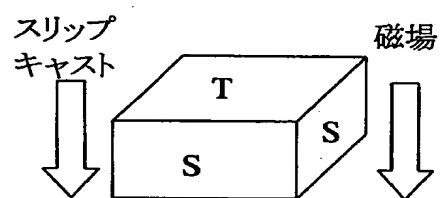
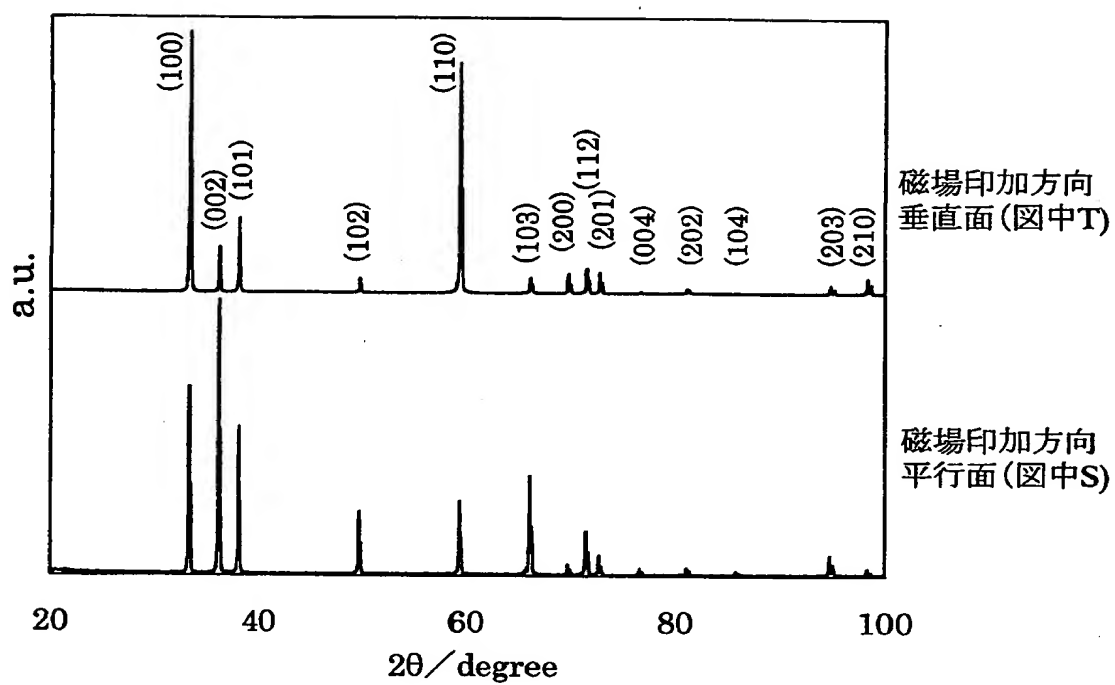
【図 1 0】



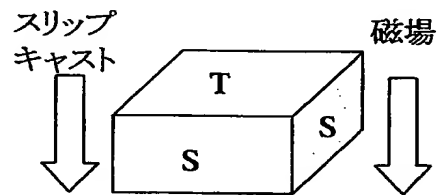
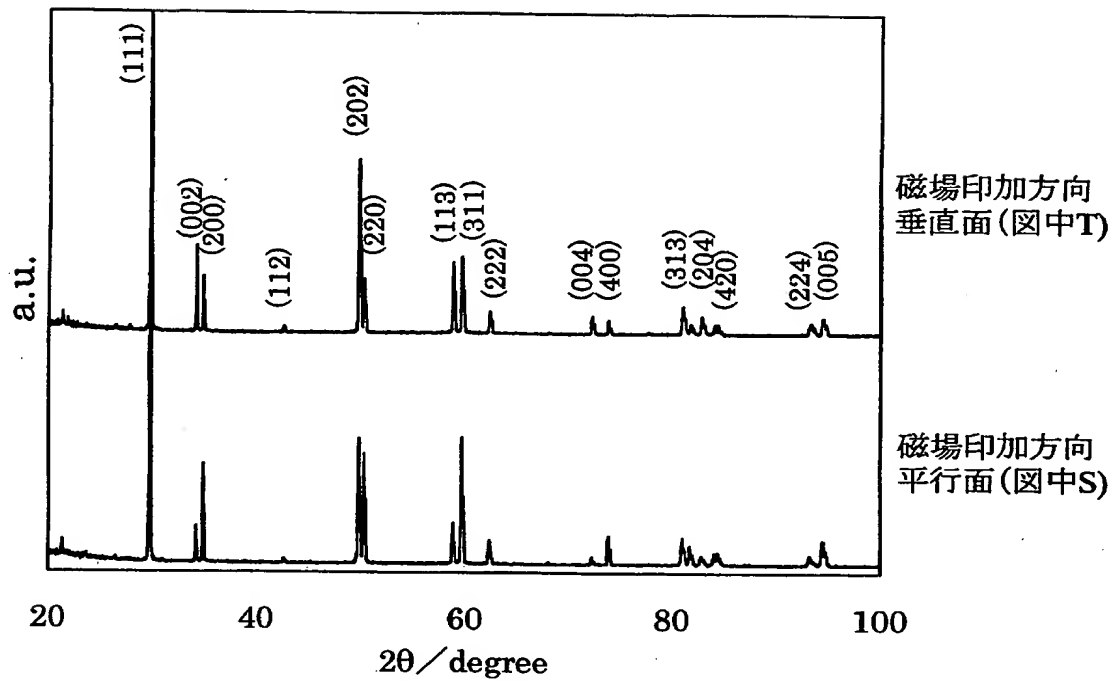
【図 1 1】



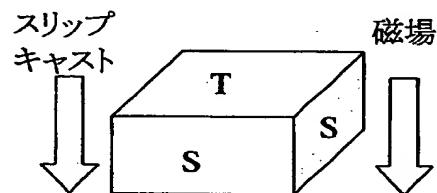
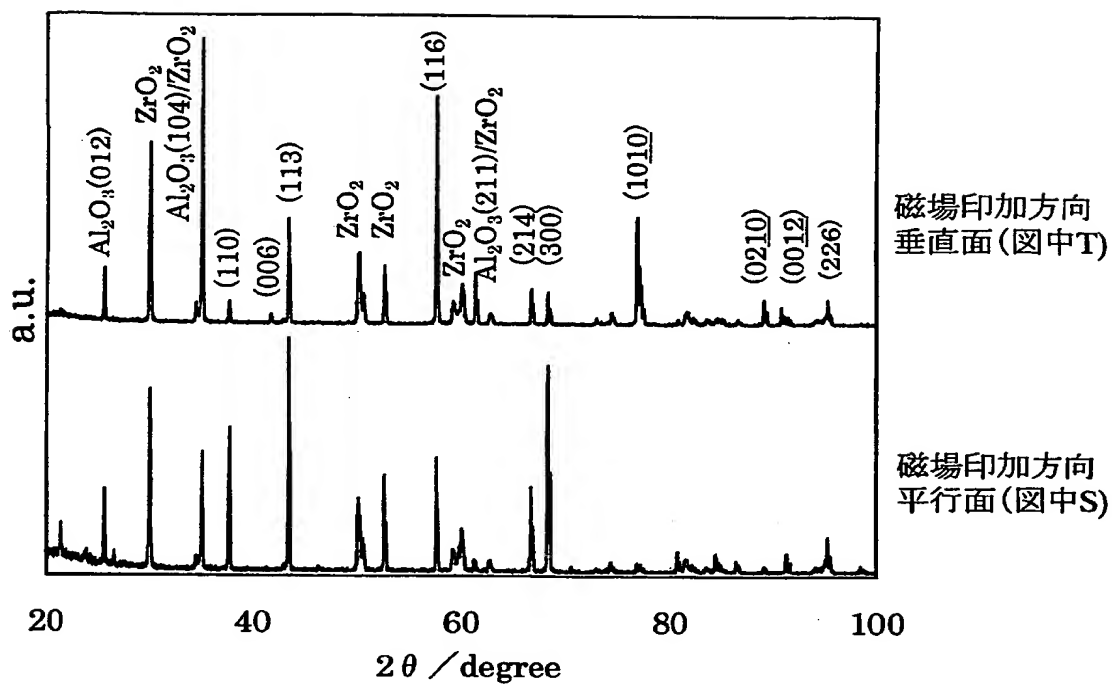
【図 1 2】



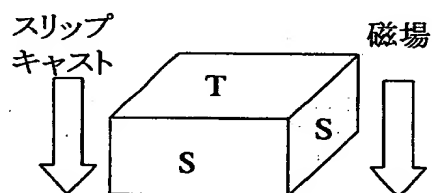
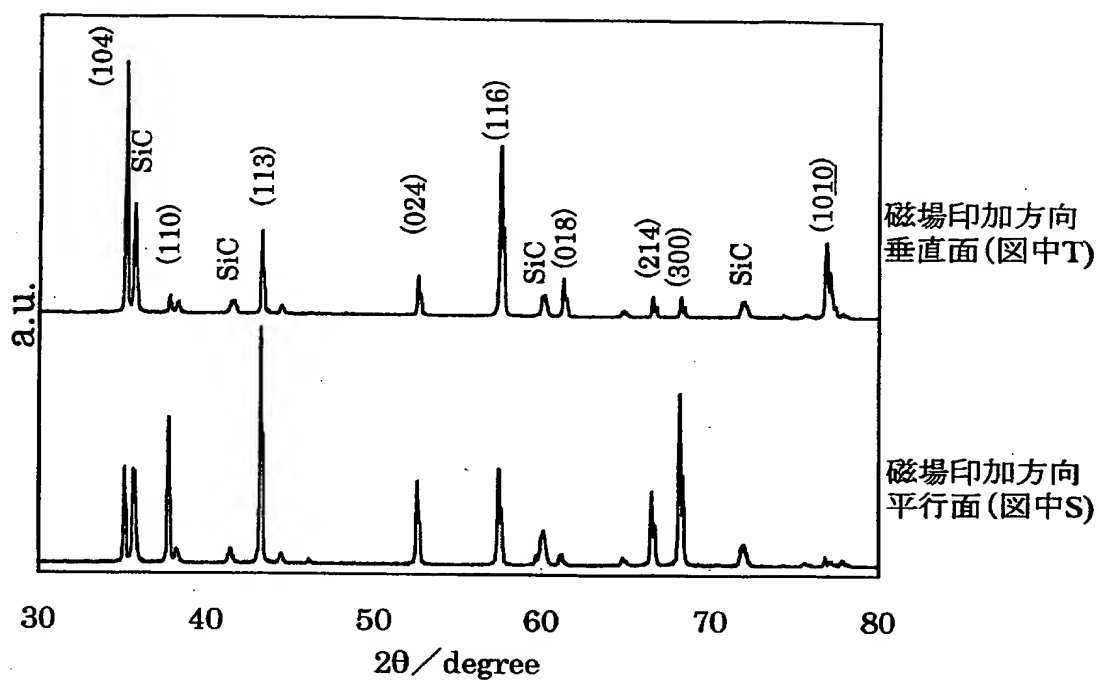
【図 1 3】



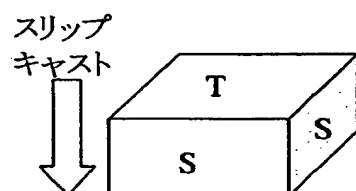
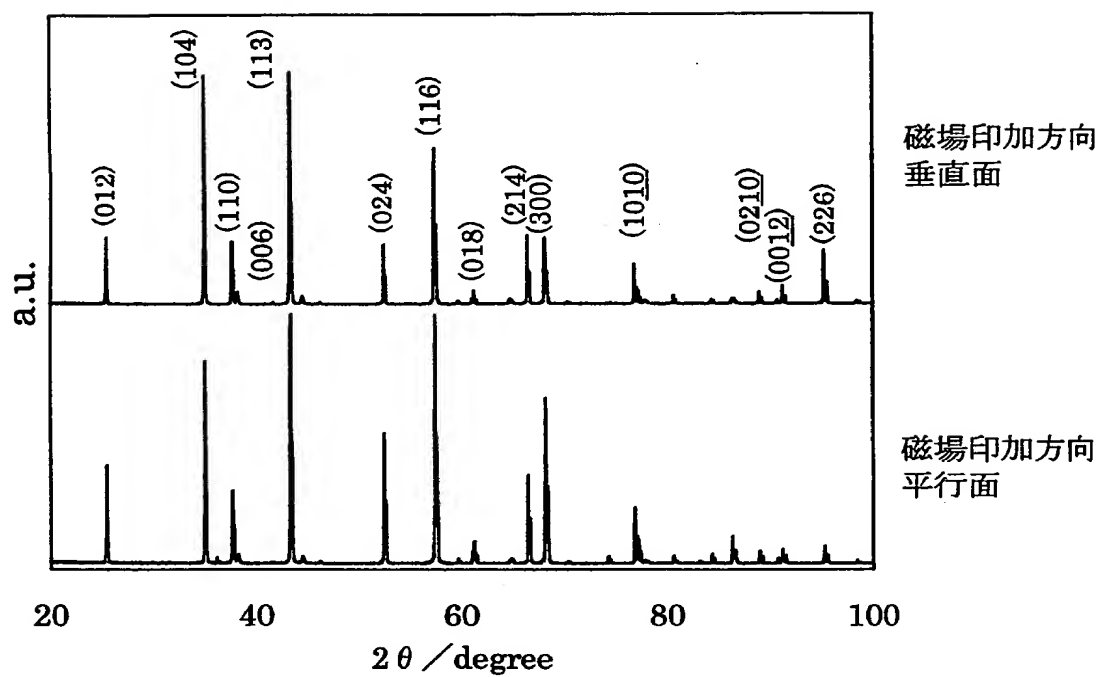
【図 14】



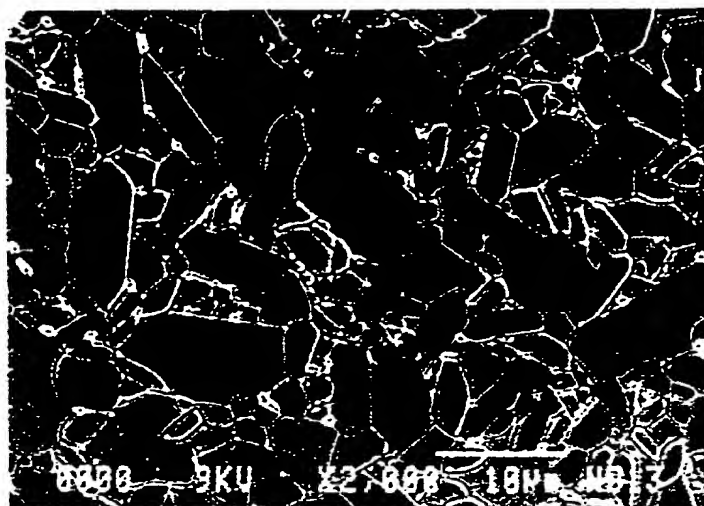
【図 15】



【図 1 6】



【図17】



磁場印加方向
平行面

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 板状の種結晶粒成長させることなく、平均結晶粒径が $20\ \mu\text{m}$ 以下で、粒子幅が粒径の 0.4 倍以下の配向性焼結体、または、平均結晶粒径が $20\ \mu\text{m}$ 以上で粒子幅が粒径の 0.5 倍以上の配向性焼結体の製造をも可能とする。

【解決手段】 等軸晶ではない結晶構造をもつ非強磁性体粉末をスラリーに分散し、そのスラリーを磁場中で成形して、成形体を焼結する。

【選択図】 図 3

特 2000-317323

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-317323
受付番号	50001343299
書類名	特許願
担当官	小菅 博 2143
作成日	平成12年12月11日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】	申請人
【識別番号】	390002901
【住所又は居所】	茨城県つくば市千現一丁目2番1号
【氏名又は名称】	科学技術庁金属材料技術研究所長

次頁無

【書類名】 出願人名義変更届（一般承継）
【提出日】 平成13年 1月 9日
【あて先】 特許庁長官 殿
【事件の表示】
 【出願番号】 特願2000-317323
【承継人】
 【識別番号】 301000033
 【住所又は居所】 茨城県つくば市千現一丁目2番1号
 【氏名又は名称】 文部科学省金属材料技術研究所長 岡田雅年
 【連絡先】 部署名 企画室 担当者 大場 清
 電話番号 0298-59-2041
【提出物件の目録】
 【物件名】 証明書 1
 【援用の表示】 平成3年 特許願 第191067号
【ブルーフの要否】 要

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-317323
受付番号	50100010346
書類名	出願人名義変更届（一般承継）
担当官	東海 明美 7069
作成日	平成13年 2月20日

<認定情報・付加情報>

【承継人】	申請人
【識別番号】	301000033
【住所又は居所】	茨城県つくば市千現一丁目2番1号
【氏名又は名称】	文部科学省金属材料技術研究所長

【書類名】 出願人名義変更届（一般承継）
【提出日】 平成13年 4月18日
【あて先】 特許庁長官 殿
【事件の表示】
 【出願番号】 特願2000-317323
【承継人】
 【識別番号】 301023238
 【住所又は居所】 茨城県つくば市千現一丁目2番1号
 【氏名又は名称】 独立行政法人物質・材料研究機構
 【代表者】 岸 輝雄
 【連絡先】 部署名 研究業務部業務推進課 担
 当者 中野 恵介 電話番号 02
 9 8 - 5 8 - 5 6 2 7
【提出物件の目録】
 【物件名】 証明書 1
 【援用の表示】 平成3年 特許願 第183474号
【ブルーフの要否】 要

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [3 9 0 0 0 2 9 0 1]

1. 変更年月日 1 9 9 5 年 8 月 4 日

[変更理由] 住所変更

住 所 茨城県つくば市千現一丁目2番1号
氏 名 科学技術庁金属材料技術研究所長

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [301000033]

1. 変更年月日	2001年 1月 4日
[変更理由]	新規登録
住 所	茨城県つくば市千現一丁目2番1号
氏 名	文部科学省金属材料技術研究所長

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [301023238]

1. 変更年月日	2001年 4月 2日
[変更理由]	新規登録
住 所	茨城県つくば市千現一丁目2番1号
氏 名	独立行政法人物質・材料研究機構